

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-055388

(43)Date of publication of application : 24.02.1992

(51)Int.Cl.

C30B 15/20  
C30B 30/04  
H01L 21/208

(21)Application number : 02-163891

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 21.06.1990

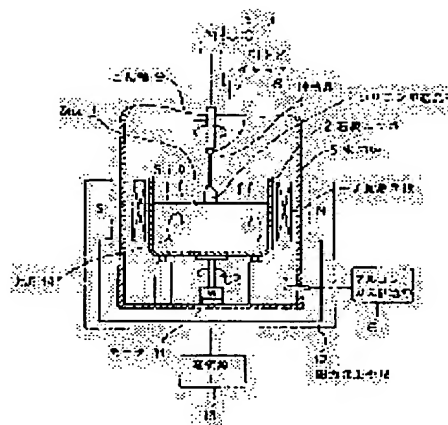
(72)Inventor : FUSEGAWA IZUMI  
YAMAGISHI HIROTOSHI

## (54) PULLING-UP METHOD OF SEMICONDUCTOR SINGLE CRYSTAL

## (57)Abstract:

**PURPOSE:** To control the oxygen concn. in the pulling-up direction of a single crystal bar in the magnetic field-impressing pulling-up method by specifying the revolving speed of the quartz crucible receiving a semiconductor of molten body, and changing the strength of magnetic field according the pulling-up length of single crystal.

**CONSTITUTION:** Ar-gas is supplied into a hermetic furnace 5 and discharged accompanied with the SiO generated in the furnace 5. A seed crystal of Si is brought into contact with the surface of the molten body 3 heated and molten by the heating means 7 in the quartz crucible 2 provided almost in the center of the furnace 5, and rotated with a shaft 9 and pulled up in a low speed. On the other hand, the crucible 2 is revolved by a motor 11 in a definite speed of  $\geq 5$ rpm. Magnetic force is applied to the molten body 3 by a magnetic force-generating means 12, and the strength of magnetic field is changed according to the pulling-up length of the single crystal bar. By this method, the distribution of oxygen concn. between lattices is freely controlled when a single crystal is pulled up, and the single crystals having various oxygen concn., such as the single crystal of uniform oxygen concn. or high concn., of a gentle gradient of concn., etc., are obtained.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## ⑫ 公開特許公報(A)

平4-55388

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>C 30 B 15/20  
30/04  
H 01 L 21/208

識別記号

P

庁内整理番号

8924-4G  
7158-4G  
7353-4M

⑭ 公開 平成4年(1992)2月24日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全8頁)

⑮ 発明の名称 半導体単結晶引上方法

⑯ 特 願 平2-163891

⑰ 出 願 平2(1990)6月21日

⑱ 発 明 者 布 施 川 泉 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社半  
導体磯部研究所内⑲ 発 明 者 山 岸 浩 利 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社半  
導体磯部研究所内

⑳ 出 願 人 信越半導体株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

㉑ 代 理 人 弁理士 館野 公一

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

半導体単結晶引上方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 石英ルツボ中に保持された半導体融体より当該半導体単結晶棒を引き上げる磁場印加単結晶引上法において、当該石英ルツボの回転速度を5 rps 以上で一定とし、融体に印加された上記磁場の強度を単結晶棒の引上長に応じて変化させることを特徴とする半導体単結晶引上方法。

(2) 前記磁場が水平磁場である請求項1記載の半導体単結晶引上方法。

(3) 前記水平磁場強度が500～5000ガウスである請求項2記載の半導体単結晶引上方法。

(4) 引上げられた単結晶棒の引上長方向の格子間酸素濃度勾配に応じて、磁場強度時間変化率を調節する請求項1記載の半導体単結晶引上方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は石英ルツボ内の半導体融体に種結晶を

接触させ、棒状の半導体単結晶を引き上げる半導体単結晶の成長方法に関し、より詳しくは、半導体単結晶の引上げ方向の酸素濃度を前記半導体融体に印加された磁場強度を調整して所定の分布を得ることを特徴とした半導体単結晶の成長方法に関する。

## 〔従来の技術〕

シリコン単結晶をチョクラルスキー法(Czochralski Method: CZ引上げ法)にて成長させる場合に、シリコン融液を収容する容器として石英(SiO<sub>2</sub>)ルツボが用いられるが、融点におけるシリコンは化学的に活性なため、ルツボの石英成分と反応し、それを同融液中に溶解するために、育成シリコン単結晶中に相当量の酸素が含まれることが知られている。また、ルツボ中の石英成分がシリコン融液中に溶解すると同時に、ルツボ中の他の微量不純物成分も同時に溶解し、育成シリコン単結晶中に含まれるようになる。

シリコン単結晶中の酸素は、その濃度と分布に応じてこれより得られる半導体装置の特性、ある

いはこれを製造する過程での熱処理において様々な効果をもたらす。例えば、この酸素濃度が比較的高い場合は、熱処理によって積層欠陥や酸素の析出物を発生させ、半導体装置の特性に悪影響を及ぼす。

ところが、このような欠陥を半導体装置の活性領域以外に設けて熱処理を行なう時は、逆に有害不純物、例えば、Fe、Cu、Au等の金属不純物をゲッタリングする、いわゆるイントリンシック・ゲッタリング作用をなし、半導体装置の特性を向上させる効果がある。

また、酸素の析出物が発生しない程度に高い酸素濃度では酸素クラスターによる転位の発生と増加を抑制する効果を持つ。すなわち、半導体装置の製造時の熱処理中の転位の発生と増加を抑制することができる。

このようなことから、シリコン単結晶の酸素を、比較的高いレベル、例えば、15~20ppmaのレベルで、その全長にわたってできるだけ均一に分布させるための技術が開発されてきた。例えば、

を引上げる際に、容器の回転速度を変化させて結晶中の酸素含有濃度を制御する結晶成長方法が提案されている（特開昭58-74594号）。

この方法では、スワール状の成長線の発生が抑制され、酸素濃度の制御もある程度までは可能である。

#### 【発明が解決しようとする課題】

ところが、ルツボの回転速度を制御して酸素濃度を制御しようとしても、結晶引上長方向の酸素濃度分布は依然としてかなりの幅で変動するという問題があった。すなわち、ルツボの回転数制御では単結晶の引上長方向に±5~10%以下というように高度な酸素濃度制御は不可能であった。

本発明は上記の点を解決しようとするもので、その目的は、育成単結晶中の全長にわたって、実質的に15ppma以上の高酸素濃度を有し、かつ、単結晶の引上長方向の酸素濃度分布が所定の分布に制御され、その酸素濃度分布が均一の場合に、その制御精度が±5~10%以下であるようなシリコン単結晶棒の引上長方向の酸素濃度を精密に制御

特公昭60-6911号公報は、チョクラルスキー法によって石英ルツボに含まれる半導体材料の熔融体から単結晶の棒状体を引き上げる工程において、引き上げ方向に沿って測定した酸素濃度のプロファイルの傾度と逆傾度になるように、前記ルツボの回転速度の傾度を制御する方法を開示する。

さらに、特開昭57-135796号公報は、大きくなったシリコン種結晶を熔融体用ルツボの回転と反対の方向にしかもより大きな初めの回転速度で回転させながら引き上げ、かつ熔融体用ルツボの熔融体の量が減るにつれて増大させる方法を開示する。

しかし、これらの方法では結晶成長用融液の熱対流と融液面の振動によりスワール（swirl）状の欠陥や成長線の発生が顕著にみられ、また、熱対流以外にルツボの回転により、強制的な流れや渦が生じるために引上長方向の酸素濃度はかなりの幅で変動するという問題があった。

これを改善するために、半導体融体に磁場を印加し、融体を収容した容器を回転させながら結晶

して引上げる方法を提供することにある。

#### 【課題を解決するための手段】

本発明は、石英ルツボ中に保持された半導体融体より当該半導体単結晶棒を引上げる磁場印加単結晶引上法において、当該石英ルツボの回転数を5rpm以上で一定とし、融体に印加された上記磁場の強度を融体の引上長に応じて変化させることを特徴とするものである。

本発明においては、石英ルツボの回転速度を5rpm以上で一定とし、磁場印加単結晶引上げ法（MCZ法）を行なうことにより、通常のCZ法よりも高い15~20ppmaといった格子間酸素濃度を有するシリコン単結晶体を得ることができる。

ここで、酸素濃度は次式による。即ち

$$\text{酸素濃度 (atoms/cm}^3\text{)} = 3.01 \times 10^{17} \alpha$$

ここで、 $\alpha$ は吸収係数（ $\text{cm}^{-1}$ ）とする。

ルツボ回転速度が5rpm以上でMCZ法の方がなぜ格子間酸素濃度が高くなるのかの原理を考え

てみる。石英ルツボが溶解することにより酸素が融液中に取り込まれ、さらにシリコン単結晶に成長時に混入される。石英ルツボがシリコン流体中に溶解する速度は流体の粘性により石英ルツボの表面を摩擦する度合いに依存すると考えられる。電気伝導性の流体に磁場を印加すると流体の実効動粘性率は次式で与えられる(星金次他:日経エレクトロニクス1980年、9.15号、P.160)。

$$\nu_{eff} = (\mu H D)^2 \sigma / \rho$$

$\nu_{eff}$  : 実効動粘性率

$\mu$  : 流体の透磁率

$H$  : 磁場の強さ

$D$  : ルツボの直径

$\sigma$  : 流体の電気伝導度

$\rho$  : 流体の密度

すなわち、磁場強度を増すと流体の実効動粘性率が $H$ の2乗に比例して増大することになる。従って、 $H$ を増大すると、シリコン融体の実効動粘

性が増大しただけ石英ルツボを摩擦する度合いが大きくなり、シリコン融液が石英ルツボを溶解する速度を速めて、磁場を印加しないときよりもシリコン単結晶中の酸素濃度が増大すると考えられる。

また、本発明においては、磁場強度を単結晶の引上長に応じて変化させるが、この磁場強度を変化させる方法は、非常に制御性の良い方法である。その理由を以下に述べる。

磁場中でシリコン単結晶を引上げる際に、引上げと共にシリコン融液と石英ルツボの接触面積が減少し石英ルツボの溶解量が徐々に減少するためシリコン単結晶中の酸素濃度が減少する。シリコン単結晶の全長にわたりほぼ均一な酸素濃度を得るには引上と共にルツボ回転速度を徐々に増大する上記特開昭58-74594号公報の方法が知られている。しかし、この方法では、第9図に示したようにシリコン単結晶の軸方向で不均一な酸素濃度分布となる。この理由としては、強磁場中では流体の粘性が増大するためにルツボ回転を増大する際

に流体の動きが非定常的になり、流体中に不均一に分布していた酸素が時間をおいて結晶中に取込まれたものと考えられる。

ルツボ内の融液は非常に複雑な様相を呈しており、熱対流や融液表面における外周側から中央の結晶へ向かう流れなどのように自然に生起する流れと、ルツボの回転に基づく強制流と、また、これらから派生する渦流などが存在する。これらの流れが外部から印加される磁場によってある程度は抑制されはするが、上記のようにルツボ回転速度を変化させると、これがルツボ内の諸種の流れを攪乱させ、熱対流などの自然に生起する流れよりも強制的に増大させられた強制流及びこれにより派生した渦流などの流れの寄与が増大し、コントロール不可能な非定常な状態となるものと考えられる。

そこで、ルツボ回転速度を変化させないで、流体の定常流を作り、なおかつ流体中の含有酸素濃度を上げることが必要とされる。本発明者らは、ルツボ回転速度を変動させないで磁場の強度を変

動させることにより、結晶の引上長方向に酸素濃度が非常に変動幅が狭く均一に分布したシリコン単結晶を引上げ得ることを見出し本発明に到達したものである。

次に図面を参照しつつ本発明を詳細に説明する。

第1図に本発明の半導体結晶棒1を成長するための装置の概要構造を示す。

密閉炉5内にはアルゴンガス供給源6からアルゴンガスが所定の流速にて供給される。アルゴンガスは、密閉炉5内に発生しているガス状のSiOを伴い、図略の排出口から放出される。石英ルツボ2は上方を開口した形状を有し、密閉炉5のほぼ中央に配置される。石英ルツボ2のまわりに配置された加熱手段7により加熱溶融したシリコンは融体3として石英ルツボ2内に収容される。シリコンの融体3の表面にはシリコンの種結晶4が接触して配置される。種結晶4は引上げチャック8を介して、モータ10で回転される回転軸9に連結される。回転軸9はモータ10で回転する

と共に、図略の引き上げ手段により一定の低速度  $v$  で引き上げられる。一方、石英ルツボ 2 は密閉炉 2 の底面に回転可能に支持され、モータ 11 により 5 rpm 以上、好ましくは 5 ~ 16 rpm の範囲内の一定の回転速度 (CR で表示する) で回転される。

5 rpm 未満では高酸素濃度を得るのが困難であり、16 rpm を超えると回転による強制流が大き過ぎ、融液の攪乱要因となるため酸素濃度の均一性や格子欠陥防止の点から問題を生じることがある。

ルツボの回転速度と印加磁場との関係を探る中で、磁場を印加しつつ、シリコン単結晶を上げた場合と、磁場を印加しない場合とにつき、結晶中に導入される酸素濃度とルツボの回転速度との関係をプロットすると、第 8 図のように 3 rpm の回転速度のところで交叉し、3 rpm 以下では磁場を印加しない方が高酸素濃度になり、3 rpm 以上では磁場を印加した方が高酸素濃度になることを発見した。本発明においては、この臨界点の 3 rpm よりも回転速度の大きい 5 rpm 以上の回転

速度にして高酸素濃度を確保するものである。

密閉炉 5 の外側には、例えば、直流電流  $I$  により磁場の強さを変化する電磁石等からなる磁場発生手段 12 が配置される。なお、磁場発生手段 12 に電流  $I$  を送る電流源を符号 13 で表示する。

第 2 図に示すシリコン単結晶棒 1 は、石英ルツボ 2 および種結晶 4 を一定の低速度で回転しながら、融体 3 の表面に接触している種結晶 4 を引き上げ方向に低速度  $v$  で引き上げるにより形成される。第 1 図に示すように、石英ルツボ 2 と融体 3 とは石英ルツボの内壁で接触しているため、その接触部に摩擦が生じ、石英ルツボ 2 がこすられ、融体 3 内に酸素が溶解する。

融体 3 内に溶解した酸素は  $Si$  と結合し、揮発性の  $SiO$  となり、融体 3 から放出され、アルゴンガスにより同伴除去される。しかしながら、 $SiO$  として放出除去されない酸素が融体 3 内に残るため、シリコン単結晶棒 1 は酸素を含むものとなる。シリコン単結晶棒 1 内に含有する酸素は、シリコン原子と結合状態にある格子間酸素が

主体であるので格子間酸素濃度 ( $O_i$ ) を測定すれば実質的にシリコン単結晶中に混在する酸素濃度を知ることができる。融体 3 内に混入する酸素の量は石英ルツボ 2 の内壁を融体で摩擦する度合に比例するため、シリコン融体の量が減少することにより減少する。

従って、第 2 図に示すように、引き上げ条件を一定とした場合にシリコン単結晶棒 1 の引き上げ方向の長さを  $L_i$  とすると、引き上げ長さ  $L_i$  と格子間酸素濃度  $O_i$  とは概念的には第 3 図に示すような関係となる。すなわち、横軸に  $L_i$  をとり、縦軸に  $O_i$  とすると、ほぼ直線的に直線  $A_1 \sim A_4$  に示すように  $L_i$  が大きくなるにつれて  $O_i$  が低減する。

一方、石英ルツボ 2 のまわりには磁場発生手段 12 が設けられ、融体 3 には磁力が作用する。石英ルツボ 2 の回転数 CR が低速の場合には、磁場強度の増大により融体 3 内に発生する対流 14 が抑制され、石英ルツボ 2 側からの酸素の溶解が低減されるが、回転数 CR がある値以上になると、磁場

強度の増大と共に対流が抑制されるが、印加磁場による見掛けの粘性の増加のために、石英ルツボ 2 内壁と融体 3 との間の摩擦が大となり酸素の溶解量が逆に大となる。

第 3 図は CR が上記境界値以上の場合を表示するもので、 $A_1$  は磁場の強さが 500 ガウス (G) の場合であり、 $A_2$  は 1000 ガウス (G)、 $A_3$  は 2000 ガウス (G)、 $A_4$  は 3000 ガウス (G) の場合である。線  $A_1$  から線  $A_4$  にかけて上方に移動する。すなわち、磁場が強くなると  $L_i$  と  $O_i$  との勾配方向は変わらないが (勾配そのものの値は変る) 酸素濃度  $O_i$  が増加する方向に移動する。

以上のことから  $L_i$  の変化に応じて磁場の強さ  $G_i$  の値を変化させることにより、例えば、第 3 図に示すように酸素濃度  $O_i$  を一定の値に保持することが可能となる。すなわち  $L_i$  が  $L_0$  のときは交点  $B_1$  の 500 ガウスの磁場の強さとし、 $L_i$  が進むにつれて、 $B_1 \sim B_4$  のように 1000 ガウス、2000 ガウス、3000 ガウスと磁場の強さを変化させることにより  $O_i$  を一定値  $O_{i0}$  に

保持することが可能となる。

本発明において、磁場発生手段12を水平磁場とし、その磁場の強さを500 Gauss (G) ~ 5000 Gauss (G) の範囲で変化させる。水平磁場としたのは対流14の抑制として水平磁場が直接的であり、確実にかつ迅速の調整が行われるためである。

500 Gauss未満では融体の対流を有効に抑制することができず、5000 Gaussを超えると融液の見掛け上の粘性が非常に高く、融液がほぼ静止した状態で、対流による混合が極端に妨げられるため、特に結晶成長面が融液に対し、極度に凹面になるなど、良好な結晶を得ることができなくなり、また、人体への悪影響、周囲の計器や装置類の故障を招くことになる。

第3図で得られたデータより、 $O_{i0}$ の線を引き、それに交わる磁場強度を単結晶棒の引上長に対してプロットすると第4図が得られる。この第4図のパターンに従って、単結晶棒を引上げることにより、頭部から尾部にかけて一定の酸素濃度の単結晶棒を引上げることが可能になる。

いわゆる水平磁場MCZ法(HMCZ)を使用した。以下に実験結果を示した。

第5図は、ルツボ回転を10rpm、種回転を20rpmとした時の磁場強度に対する結晶中の格子間酸素濃度を示したものである。磁場強度は500 ~ 3000 Gaussの間で変化させた。引上長(固化率)が大きくなるにしたがって酸素濃度が減少している。また、磁場強度が大きくなるにしたがい酸素濃度が増大している。

第5図より酸素濃度が18~19ppmaになるように引上長にしたがい磁場強度を変動させるようにパターンを作った。それを第6図に示した。実際の引上げでは、第6図のパターンをコンピューターに記憶させておき、引上げと連動させて引上長と共に磁場強度を変動させた。得られた結果を第7図に示した。引上がったシリコン単結晶棒中の酸素濃度はおおむね18~19ppmaの範囲にコントロールされた物が得られた。

#### 〔発明の効果〕

以上の説明で明らかなように、本発明によれば

上記の説明では、酸素濃度を一定にすることを目標としたが、 $O_i = f(L_i)$  のように $L_i$ の函数となるような一般化された場合にも上記と同様にして、第3図に $O_i = f(L_i)$ の線を描き、それとの交点を求め、その交点における磁場強度を単結晶棒の引上長に対してプロットした図を作製し、この図のパターンに従って、引上長に応じて磁場強度を変化させつつ、引上げることにより任意の酸素濃度分布の単結晶を得ることができる。

#### 〔実施例〕

次に実施例を挙げて本発明をさらに詳細に説明する。

##### 実施例1

チョクラルスキー法(CZ引上げ法)によりシリコン単結晶を引上げる方法において、直径18インチの石英ルツボ中に60kgのポリシリコンをチャージし熔融した後、成長方位が(100)で6インチの直径を持つシリコン単結晶を引上げた。その際に、成長方向に垂直な1方向に磁場をかけるい

下記の効果が得られる。

①格子間酸素濃度の分布を自由に制御して単結晶棒を引上げることができ、例えば間酸素濃度が単結晶棒全体に亘って均一なものや、濃度の傾度が従来よりゆるやかなもの等、種々の酸素濃度の分布を有する単結晶棒が得られる。

②酸素濃度が全体的に高い単結晶棒が得られる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の方法に使用される装置の概要構造を示す一部軸断面図、

第2図は第1図の装置により形成されるシリコン単結晶棒を示す正面図、

第3図は磁場強度をパラメーターとしたシリコン単結晶棒の引上長と酸素濃度との関係を示すグラフ、

第4図は第3図上での作図により得られる単結晶棒と磁場強度との関係を示すグラフ、

第5図は実施例における磁場強度をパラメーターとしたシリコン単結晶棒の引上長と格子間酸素

濃度との関係を示すグラフ、

13... 電流源、14... 対流。

第6図は第5図上で求められる酸素濃度を18～19ppmaにするのに必要な磁場強度と単結晶棒の引上長との関係を示すグラフ、

出願人 信越半導体株式会社

代理人 弁理士 館 野 公 一

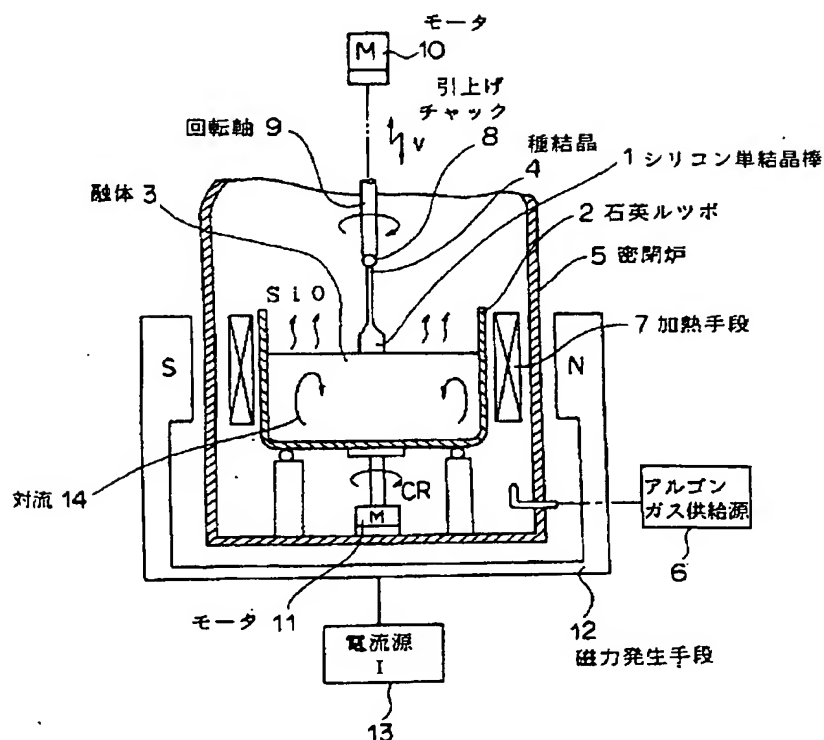
第7図は第6図に従って、引上長に応じて磁場強度を変化させつつ上げた単結晶棒の引上長と格子間酸素濃度との関係を示すグラフ、

第8図は磁場をかけない場合と3000ガウスの磁場をかけた場合におけるルツボ回転速度とシリコン単結晶棒中の格子間酸素濃度との関係を示すグラフ、

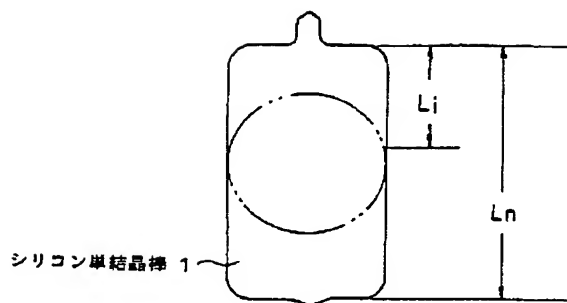
第9図は磁場を印加しつつ回転速度を変化させて酸素濃度を制御する従来の方法によって得られるシリコン単結晶棒の引上長方向の格子間酸素濃度の分布を示すグラフである。

- 1... シリコン単結晶棒、2... 石英ルツボ、
- 3... 融体、4... 種結晶、5... 密閉炉、
- 6... アルゴンガス供給源、7... 加熱手段、
- 8... 引上げチャック、9... 回転軸、
- 10, 11... モータ、12... 磁力発生手段、

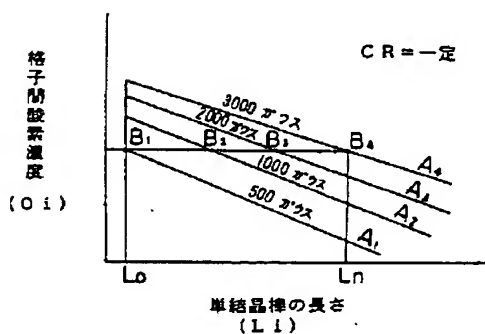
第1図



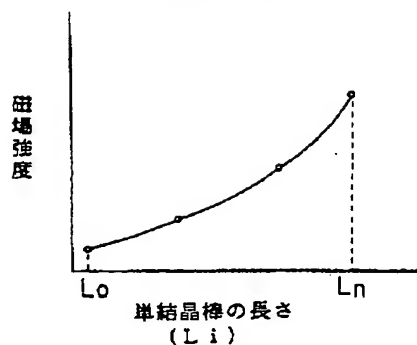
第2図



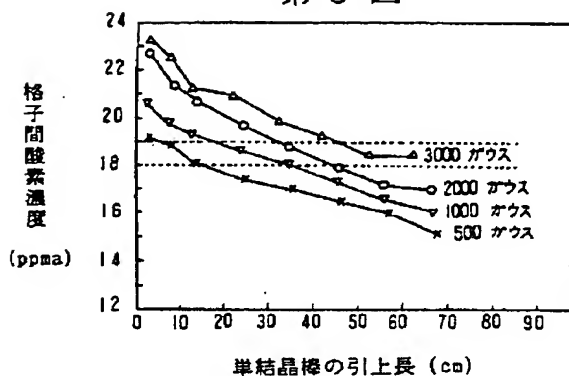
第3図



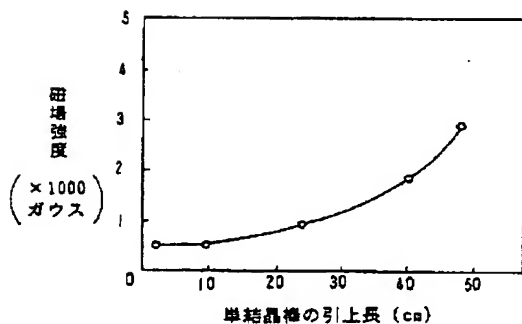
第4図



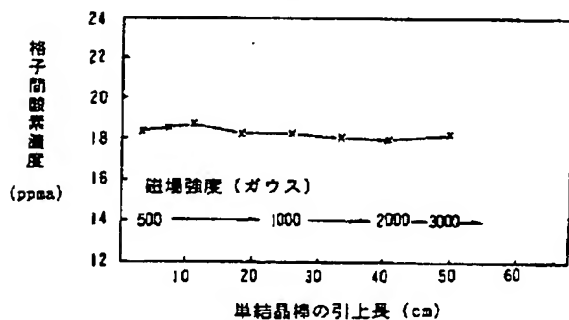
第5図



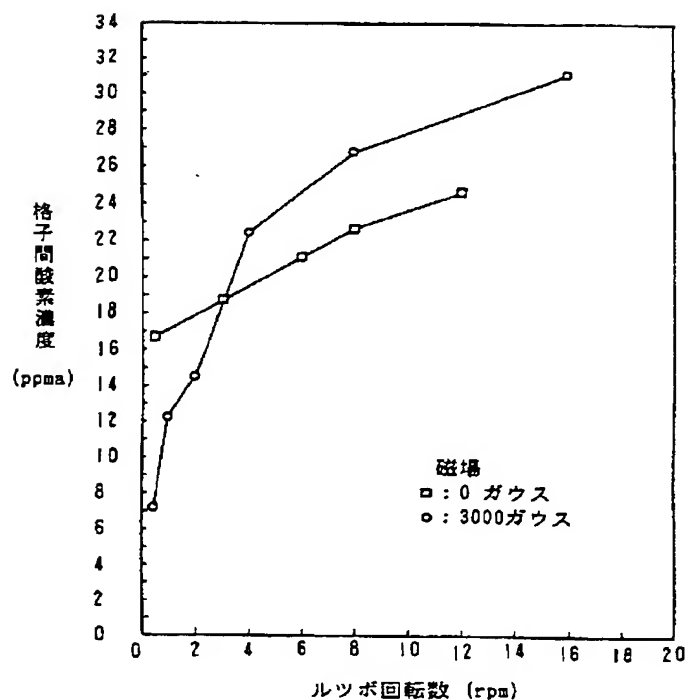
第6図



第7図



第8図



第9図

